

# PARTICLE ARRAYING METHOD, AND PARTICLE ARRAYING DEVICE MANUFACTURED BY THE METHOD

Publication number: JP2003089896

Publication date: 2003-03-28

Inventor: FUSE AKIHIRO

Applicant: RICOH KK

Classification:

- International: G02B5/18; B01J19/00; B01J19/08; C25D13/02;  
G02B5/18; B01J19/00; B01J19/08; C25D13/02; (IPC1-  
7): C25D13/02; B01J19/00; B01J19/08; G02B5/18

- European:

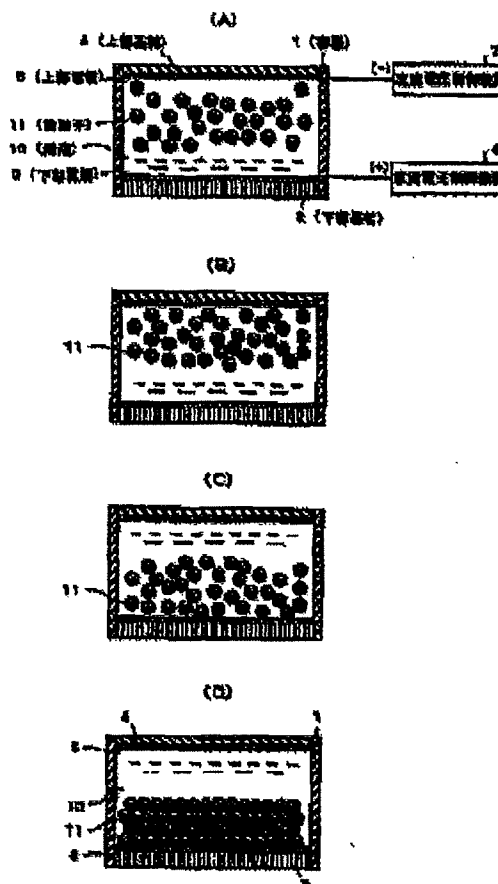
Application number: JP20010283732 20010918

Priority number(s): JP20010283732 20010918

Report a data error here

## Abstract of JP2003089896

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To array particles with high regularity even when the particles are relatively large in specific gravity and ultra-fine in size. **SOLUTION:** The particles 11 are charged negative in Fig. 1 (A). When the positive electric field and the negative electric field are applied to an upper electrode 5 and a lower electrode 3, respectively, in this condition, the negative- charged particles 11 are attached to the upper electrode 5, and slightly moved upwardly against the gravity (Fig. 1 (B)). Then, the polarity of the upper and lower electrodes is switched immediately, and the negative electric field and the positive electric field are applied to the upper electrode 5 and the lower electrode 3, respectively, the particles 11 are attracted by the positive electric field applied to the lower electrode 3 in addition to the gravity, and moved toward the lower electrode 3 (Fig. 1 (C)). By repeating the conditions in Figs. 1 (B) and 1 (C) by adequately controlling the electric field to be applied, the particles arrayed regularly in the final state as shown in Fig. 1 (D) can be obtained.



(211227C)

Teilübersetzung

(Offenlegung)

Entgegenhaltung 2:

JP Pat.-Offenlegung Nr. 2003-089896 vom 28.03.2003

Anmeldung Nr. 2001-283732 vom 18.09.2001

Priorität: ohne

Anmelder: K.K. Ricoh, Tokyo, Japan

Titel: Verfahren zur Anordnung von Feinpartikeln und durch das  
Verfahren hergestellte Vorrichtung zur Anordnung von  
Feinpartikeln

Ausführliche Erläuterung der Erfindung (Auszug):

.....

[0025]

Dabei sind die Feinpartikel 11 negativ geladen. Fig. 1(B) zeigt eine schematische Ansicht des Verhaltens der Feinpartikel in diesem Zustand, wobei ein positives elektrisches Feld an die obere Elektrode 5 und ein negatives elektrisches Feld an die untere Elektrode 3 jeweils angelegt wird. Die negativ geladenen Feinpartikel 11 werden an das positive elektrische Feld der oberen Elektrode 5 herangezogen und in der der Gravitation entgegengesetzten Richtung etwas nach oben bewegt. Fig. 1(C) zeigt eine schematische Ansicht des Verhaltens der Feinpartikel

im Fall, in dem nach dem Zustand gemäß Fig. 1(B) die Polarität der oberen und unteren Elektrode gewechselt wird, d. h. ein negatives elektrisches Feld an die obere Elektrode 5 und ein positives elektrisches Feld an die untere Elektrode 3 jeweils angelegt wird. In diesem Fall werden die Feinpartikel 11 nicht nur durch die Gravitation, sondern durch das positive elektrische Feld der unteren Elektrode 3 herangezogen und nach der unteren Elektrode 3 hin bewegt. Durch geeignete Kontrolle der angelegten elektrischen Felds wird der Zustand gemäß Fig. 1(B) und der Zustand gemäß Fig. 1(C) wiederholt. Auf diese Weise können schließlich regelmäßig angeordnete Feinpartikel erhalten werden, wie in Fig. 1(D) gezeigt.

.....

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-89896  
(P2003-89896A)

(43)公開日 平成15年3月28日(2003.3.28)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	データベース*(参考)
C 2 5 D 13/02		C 2 5 D 13/02	2 H 0 4 9
B 0 1 J 19/00		B 0 1 J 19/00	K 4 G 0 7 5
	19/08		A
G 0 2 B 5/18		G 0 2 B 5/18	

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2001-283732(P2001-283732)

(22)出願日 平成13年9月18日(2001.9.18)

(71)出願人 000006747

株式会社リコー

東京都大田区中馬込1丁目3番6号

(72)発明者 布施 昇広

東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式  
会社リコー内

Fターム(参考) 2H049 AA44 AA56

4G075 AA27 AA61 BB10 CA14 DA01

EA01 EB01 EC21 FA14 FB01

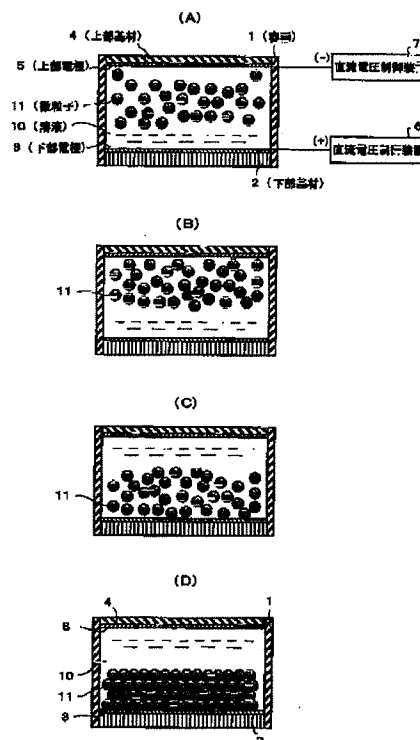
FB02 FB06 FC02

(54)【発明の名称】 微粒子配列方法および該方法によって製作された微粒子配列装置

(57)【要約】

【課題】 比較的比重が大きくかつ超微粒子であっても高規則性を有して微粒子を配列させる。

【解決手段】 図1(A)において、微粒子11は負に帯電しているものとする。この状態で、上部電極5に正の電界を、下部電極3に負の電界を印加すると、負に帯電している微粒子11は上部電極5に引き寄せられ、重力に反して若干上方へと移動する(図1(B))。この後、すぐに、上下の電極の極性を切り替えて、上部電極5に負、下部電極3に正の電界を印加すると、微粒子11は重力に加え下部電極3に印加された正の電界に引き寄せられて下部電極3のほうに移動する(図1(C))。印加する電界を適切に制御することによって図1(B)と図1(C)の状態を繰り返すことにより、図1(D)に示したように、最終的に規則的に配列した微粒子を得ることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 微粒子を配列して成る微粒子配列装置の製造方法において、少なくとも溶液を保持することのできる容器と、該容器の下部の下部電極と、該容器の上部の上部電極とを用い、該容器内に微粒子を分散させた溶液を保持し、前記下部および上部の電極もしくはどちらか一方の電極に電圧を印加することによって生じる電気泳動現象を利用して前記容器内に微粒子を規則的に配列させることを特徴とする微粒子配列方法。

【請求項2】 前記上部および下部の電極に直流の電圧を印加する際に、極性を交互に変化させるいわゆる交番電界を印加することを特徴とする請求項1に記載の微粒子配列方法。

【請求項3】 前記上部または下部電極どちらか一方に交流の電圧を印加し、他方の電極にその周波数と同期して直流の電圧を印加することを特徴とする請求項1に記載の微粒子配列方法。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれかにおいて、下部および上部の電極もしくはどちらか一方の電極に印加する電圧を徐々に減少させる工程を含むことを特徴とする微粒子配列方法。

【請求項5】 前記下部電極を上部に有する下部基材を有し、該下部基材が多孔質材料であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の微粒子配列方法。

【請求項6】 前記多孔質材料がゼオライトであることを特徴とする請求項5に記載の微粒子配列方法。

【請求項7】 前記多孔質材料がポーラスシリコンであることを特徴とする請求項5に記載の微粒子配列方法。

【請求項8】 請求項5乃至7のいずれかにおいて、微粒子配列の際または配列後に、前記基材の細孔を通じて、溶液成分のみを下方に除去することを特徴とする微粒子配列方法。

【請求項9】 前記基材上に残した配列微粒子を紫外線硬化樹脂を用いて固定化することを特徴とする請求項8に記載の微粒子配列方法。

【請求項10】 前記微粒子を分散させた液体の液性を、前記基材および微粒子に応じて最適化することを特徴とする請求項5乃至9に記載の微粒子配列方法。

【請求項11】 請求項1乃至10のいずれかに記載の方法によって製作された微粒子配列装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、微粒子配列方法および該方法によって製作された微粒子配列装置に関し、該微粒子配列装置は、例えば、高密度記録媒体、光学素子、表示装置などに応用できるものである。

【0002】

【従来の技術】微粒子を基材上に配列することに関する技術としては、例えば、以下に示すようなものが開示されている。

特許 第2828374号（微粒子の2次元凝集形成方法）：微粒子の液状分散媒体を基板表面に展開して液体薄膜を形成し、液厚を粒子径サイズと同等かそれより小さくし、液が蒸発する際の横方向に働く表面張力により微粒子を2次元で凝集させて配列を行うものである。

【0003】特開平 9-230391号公報（電界配列性粒子の再分散方法）：対向する電極に電圧を印加し、微粒子の電気泳動現象を利用して配列状態にある微粒子を再分散させるものである。

【0004】特開平 10-229090号公報（粒子配列装置）：平行に形成された電極の各々に所定の順序で電圧を印加することにより、移動電界を形成し、該移動電界の力により微小粒子を移動し、移動中に所定の位置に形成された開孔に前記微小粒子を落としこむことにより所定の位置に配列させるものである。

【0005】文献：「3次元有機フォトニック結晶の新しい形成法」

(O plus E Vol.21, No.12 2000 PP1549~1553) ポリスチレン微粒子を分散させた溶液の蒸発速度を制御し、重力による沈降を非常にゆっくりさせることにより、3次元に集積したポリスチレン微粒子を得るものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、微粒子配列方法および該方法によって製作された微粒子配列装置に関わるものであり、特に、比重の重い微粒子やあるいは重力のみでは自然沈降しない超微粒子であっても簡便なプロセスを用いて2次元又は3次元構造で高密度でかつ規則的に微粒子を配列できる微粒子配列方法及び該微粒子配列方法によって製作された微粒子配列装置を提供するものである。

【0007】近年、材料を微粒子化することにより、バルク形状では得られなかった種々の特性が得られることが判明したことに加え、微粒子の形状や粒径などを精度良く形成する方法による研究成果が発表され、その応用面も積極的に研究されている。当然、微粒子材料を微粒子そのままの形態で利用する提案も行われているが、さらに微粒子の特性を活かすために、微粒子を規則正しく配列し、その結果得られる性能を利用する応用研究も盛んである。

【0008】例えば、特許第2828374号には、微粒子の液状分散媒体を基板表面に展開して液体薄膜を形成し、液厚を粒子径サイズと同等かそれより小さくし、液が蒸発する際の横方向に働く表面張力により微粒子を2次元で凝集させて配列を行う発明が開示されている。しかし、この発明によれば、得られる微粒子の配列は2次元であり、その結果応用できる分野も限られ、例えば、今後光通信分野などで期待されるフォトニック結晶に必要な3次元構造を得ることは不可能である。

【0009】また、微粒子の電気泳動現象を利用したも

のとしては、特開平9-230391号公報があり、その内容は対向する電極に電圧を印加し、微粒子の電気泳動現象を利用して配列状態にある微粒子を再分散させて光の透過、遮断を制御するものである。この従来技術は、微粒子の電気泳動現象を利用した点では、本発明に類似する点があるといえるが、この従来技術の制御方法は、配列状態と再分散状態を制御して光の透過、遮断を制御するものであり、本発明のごとく、高規則性の3次元微粒子配列装置を得るものとは根本的に異なるものである。

【0010】上記2件の先行技術とは異なり、3次元構造が得られる技術として、前記文献(O plus E Vol.21, No.12 2000 PP1549~1553)があり、この文献には、ポリスチレン微粒子を分散させた溶液の蒸発速度を制御し、重力による沈降を非常にゆっくりさせることにより、3次元に集積したポリスチレン微粒子を得ることが開示されている。しかし、この技術は、比較的比重の軽いポリスチレン微粒子のようなものにしか適用できないという問題に加え、「重力による沈降を非常にゆっくりさせる」という消極的な制御技術を利用しているために、超微粒子などのように、重力では沈降しない微粒子に対しては、効果のない技術である。

【0011】本発明に最も近い技術としては、特開平10-229090号公報に開示されているように、平行に形成された電極の各々に所定の順序で電圧を印加することにより、移動電界を形成し、該移動電界の力により微小粒子を移動し、移動中に所定の位置に形成された開孔に前記微小粒子を落としこむことにより所定の位置に配列させる技術がある。しかしながら、この技術は、比較的比重の大きい微粒子を配列させる技術としては注目すべきものであるが、上下の電極をそれぞれ分割して形成する必要があるという非常に複雑なプロセスを用いることに加え、乾燥状態での配列技術であるために、適用できる微粒子の大きさに限界がある。すなわち、一般的に微粒子はその特性により、粒径が小さくなればなるほど非常に凝集する力が大きくなり、この現象は配列する際の大きな障害であるという点から考えると、今後、益々必要とされる超微粒子に関しては、それ自身の有する凝集力という障害のために、適用不可能という大きな問題を有するものである。

【0012】本発明は、上述のような課題を解決するためになされたものであり、微粒子を分散させた溶液系において、効率よく電界を印加することによって、比較的比重が大きくかつ超微粒子であっても高規則性を有して微粒子を配列させる技術を提供することを目的とするものであり、また、配列の際もしくは配列後に溶液成分のみを下方に除去する技術の融合により完成したものであり、簡便なプロセスで、精度良く微粒子を規則的に配列する技術を提供することを目的とするものである。

#### 【0013】

【課題を解決するための手段】請求項1の発明は、微粒子を配列して成る微粒子配列装置の製造方法において、少なくとも溶液を保持することのできる容器と、該容器の下部の下部電極と、該容器の上部の上部電極とを用い、該容器内に微粒子を分散させた溶液を保持し、前記下部および上部の電極もしくはどちらか一方の電極に電圧を印加することによって生じる電気泳動現象を利用して前記容器内に微粒子を規則的に配列させることを特徴としたものである。

【0014】請求項2の発明は、請求項1の発明において、前記上部および下部の電極に直流の電圧を印加する際に、極性を交互に変化させるいわゆる交番電界を印加することを特徴としたものである。

【0015】請求項3の発明は、請求項1の発明において、前記上部または下部電極どちらか一方に交流の電圧を印加し、他方の電極にその周波数と同期して直流の電圧を印加することを特徴としたものである。

【0016】請求項4の発明は、請求項1乃至3のいずれかの発明において、下部および上部の電極もしくはどちらか一方の電極に印加する電圧を徐々に減少させる工程を含むことを特徴としたものである。

【0017】請求項5の発明は、請求項1乃至4のいずれかの発明において、前記下部電極を上部に有する下部基材を有し、該下部基材が多孔質材料であることを特徴としたものである。

【0018】請求項6の発明は、請求項5の発明において、前記多孔質材料がゼオライトであることを特徴としたものである。

【0019】請求項7の発明は、請求項5の発明において、前記多孔質材料がポーラスシリコンであることを特徴としたものである。

【0020】請求項8の発明は、請求項5乃至7のいずれかの発明において、微粒子配列の際または配列後に、前記基材の細孔を通じて、溶液成分のみを下方に除去することを特徴としたものである。

【0021】請求項9の発明は、請求項8の発明において、前記基材上に残した配列微粒子を紫外線硬化樹脂を用いて固定化することを特徴としたものである。

【0022】請求項10の発明は、請求項5乃至9の発明において、前記微粒子を分散させた液体の液性を、前記基材および微粒子に応じて最適化することを特徴としたものである。

【0023】請求項11の発明は、請求項1乃至10のいずれかに記載の方法によって製作された微粒子配列装置である。

#### 【0024】

【発明の実施の形態】図1は、本発明による微粒子配列装置の製造方法を模式的に示した断面図で、図中、1は容器、2は該容器1の下部基材、3は該下部基材2の上

に設けられた下部電極、4は容器1の上部基材、5は該上部基材4の下に設けられた上部電極、6、7は直流電圧制御装置で、図1(A)は容器1中に微粒子11を分散させた溶液10が存在し、上部電極5および下部電極3に電界が印加されていない状態を示したものである。

【0025】このとき、微粒子11は負に帯電しているものとする。図1(B)は、この状態で、上部電極5に正の電界を、また、下部電極3に負の電界を印加した時の微粒子の挙動を模式的に示す。負に帯電している微粒子11は上部電極5に印加された正の電界に引き寄せられ、重力に反して若干上方へと移動する。図1(B)は、この後、すぐに、上下の電極の極性を切り替えて、上部電極5に負の電界を、また、下部電極3に正の電界を印加した時の微粒子11の挙動を模式的に示したものである。この状態では、微粒子11は重力に加え下部電極3に印加された正の電界に引き寄せられて下部電極3のほうに移動する。そして、印加する電界を適切に制御することによってこの状態、すなわち図1(B)と図1(C)の状態を繰り返すことにより、図1(D)に示したように、最終的に規則的に配列した微粒子を得ることができる。

【0026】図2は、下部基材2として、多孔質材料を用いた場合の様子を模式的に示した図で、図1(D)に示した状態で、もしくは、電界を印加終了後に、図2に示したように下部電極3を有する下部基材2に多孔質材料を用いた場合には、その細孔を通じて溶液10を下方に液滴10'として除去することにより、乾燥状態で微粒子配列装置を容易に得ることができる。

【0027】また、乾燥した状態で、例えば、図3に示したごとく、紫外線硬化樹脂20を滴下し、紫外光を照射して樹脂を硬化させて、図4に示したような、規則正しく3次元に集積した微粒子11の配列装置を容易に得ることができ、フォトリソグラフィなどへの応用が可能となる。紫外線硬化樹脂20を滴下するのは、必ずしも乾燥状態にした後である必要はなく、溶液がある状態で、紫外線硬化樹脂を滴下し、紫外光を照射して樹脂を硬化させることも可能である。

【0028】本発明は、高規則性の微粒子配列装置を、溶液系を用いることにより実現することを特徴のひとつとしている、すなわち、乾燥状態では、凝集しやすくなる超微粒子であっても、溶液系という状態の利点を最大限に利用し分散性を向上させることにより凝集を防ぎ、pHの制御、例えば、添加するイオン種を適切に選択、制御することにより、下部電極との等電点の関係を利用することができ、その結果、高規則性の微粒子配列が得られるものである。

【0029】この点についてさらに詳細に説明する。一般に、例えば、金属酸化物からなる微粒子を水中に浸漬すると、微粒子は正または負の電荷を持ち、電界が存在すると対向する電場を有する方向へ移動する。この現象

が電気泳動現象である。この電気泳動現象によって、微粒子の水中における荷電すなわち界面電位(ゼータ電位)の存在を知ることができる。この界面電位は微粒子-水系のpHによって大きく変化する。一般に、横軸に水系のpHを、縦軸に界面電位をとると、界面電位は水系のpHによって変化し、界面電位「0」を切る点の水系のpHは「等電点」と定義される。この現象から、一般的に金属酸化物微粒子表面の界面電位は、酸性側では正、アルカリ側では負の極性を取る。

【0030】しかし、この等電点は材料によって大きく異なり、例えば、コロイダルシリカでは「2.0」、 $\alpha$ -アルミナでは「9.0」、ヘマタイトでは「6.7」という値が紹介されている。つまり、等電点から離れるほど界面電位が大きくなり、酸性側にいくほど界面電位の値は正の大きい方に向かい、また逆に、アルカリ側にいくほど界面電位の値は負の大きい方に向かう。これはpHで制御することができるものである。pHの制御は、酸やアルカリの添加で、制御性よくコントロールできるものである。

【0031】本発明では、この現象を積極的に利用し、微粒子の凝集を防ぎながら、電気泳動現象により、微粒子を3次元で規則的に配列させることが可能となる点が大きな特徴である。以上述べたように、等電点の概念、および電気泳動現象を利用できない乾式のプロセスとは根本的に異なるものである。

【0032】さらにもうひとつの特徴は、上下の電極に印加する電界は、使用する微粒子、および溶液のpHなどにより、直流、交流、またはその両方の組み合わせを使用することができる。また、必ずしも一定の強度の電界を印加する必要はなく、例えば、印加する電界の強度を徐々に弱くしていくことにより、短時間で最も安定した状態になるように制御することも可能である点である。その結果、最終的に最も安定な状態、すなわち、欠陥がなく、高規則性を持って配列した、微粒子構造体を得ることができる。

【0033】これらの特徴により、従来の配列技術とは異なり、適用できる微粒子の材料、粒径の範囲が広がり、当然、乾燥状態では凝集して規則的に配列することが不可能な微粒子にも対応でき、その結果、応用分野もそれに広がって広がり、広範囲な材料から成る微粒子に適用でき得るものになるという大きな特徴を有するものである。

【0034】(実施例1)

(1) 下部電極を有する基材および容器の形成  
50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2 $\mu$ m成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続

し、正の電界を印加できるようにした。

## (2) 微粒子分散液の作製

純水90mLにコロイダルシリカ(日産化学社製 MP-4540 平均粒径=450nm 40%)溶液を10mL加え、十分に攪拌して4%のコロイダルシリカ分散液を作製した。

## 【0035】(3) 上部電極を有する基材の形成

下部電極を有する基材の形成と同様の手法で、上部電極として機能する金薄膜を有する基材を形成した。また、上部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、負の電界を印加できるようにした。

## (4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2)で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

## 【0036】(5) 電界印加による微粒子配列

上部および下部電極にそれぞれの極性で交番電界を印加した。電圧は50Vで、駆動周波数は10Hzで行った。このときの上部および下部電極に印加した電界のタイムチャートを示したものが図5である。この状態で20分間保持し、最後に、下部電極にマイナス50V印加した状態で10分間保持した。この間にクランプをはずし、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

## 【0037】(6) 溶液成分の乾燥

容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、溶液成分が自然乾燥するのをまった。約2時間後に乾燥が完了した。

## (7) 微粒子配列装置の評価

得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、若干欠陥はあるもののほぼ最密充填構造になっていることが確認された。

## 【0038】(実施例2)

### (1) 下部電極を有する基材および容器の形成

50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極に交流の電圧が可能な電圧制御装置を接続し、交流による電界を印加できるようにした。

### (2) 微粒子分散液の作製

実施例1と同様の条件で微粒子分散液を作製した。

## 【0039】(3) 上部電極を有する基材の形成

下部電極を有する基材の形成と同様の手法で、上部電極として機能する金薄膜を有する基材を形成した。また、上部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、負の電界を印加できるようにした。

## (4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2)で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

## 【0040】(5) 電界印加による微粒子配列

下部電極に15Hzの交流による電界を印加した。電圧は50Vで行った。上部電極には、直流による電界を印加したが、タイミングを以下の様に制御した。下部電極に負の電界が印加されているときのみ上部電極に正の電界マイナス20Vを印加した。このときの上部および下部電極に印加した電界のタイムチャートを示したものが図6である。この状態で10分間保持し、次に、上部電極および下部電極ともに毎秒0.2Vずつ印加電圧を減少させて、100秒後には、下部電極に30Vの交流が印加された状態となった。この状態で10秒保持し更に下部電極に印加している電圧を毎秒0.2Vずつ減少させた。この状態で5分間保持した。この間にクランプをはずし、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

## 【0041】(6) 溶液成分の乾燥

容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、溶液成分が自然乾燥するのをまった。

## (7) 微粒子配列装置の評価

得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、若干欠陥はあるもののほぼ最密充填構造になっていることが確認された。

## 【0042】(実施例3)

### (1) 下部電極を有する基材および容器の形成

これまでの実施例とは異なり、下部電極を有する基材として50mm×50mm、厚さ2.5mmのゼオライト焼結体を用いた。この基材にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、正の電界を印加できるようにした。

### (2) 微粒子分散液の作製

実施例1と同様の条件で微粒子分散液を作製した。

## 【0043】(3) 上部電極を有する基材の形成

50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、下部電極を有する基材とした。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、負の電界を印加できるようにした。

## (4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2)で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を



有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

【0044】(5) 電界印加による微粒子配列  
上部および下部電極にそれぞれの極性で交番電界を印加した。電圧は50Vで、駆動周波数は10Hzで行った。この状態で20分間保持し、最後に、下部電極にマイナス50V印加した状態で10分間保持した。この間にクランプをはずし、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

【0045】(6) 溶液成分の乾燥  
容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、溶液成分のみがゼオライトの細孔を通して下方に排出されるようにした。すべての溶液成分が排出されるのに約30分を要した。

(7) 微粒子配列装置の評価  
得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、ほとんど欠陥のない最密充填構造になっていることが確認された。

【0046】(実施例4)

(1) 下部電極を有する基材および容器の形成  
50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、正の電界を印加できるようにした。

【0047】(2) 微粒子分散液の作製  
実施例1と同様の条件で微粒子分散液を作製した。

(3) 上部電極を有する基材の形成  
下部電極を有する基材の形成と同様の手法で、上部電極として機能する金薄膜を有する基材を形成した。また、上部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、負の電界を印加できるようにした。

【0048】(4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2) で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

(5) 電界印加による微粒子配列  
上部および下部電極にそれぞれの極性で交番電界を印加した。電圧は50Vで、駆動周波数は10Hzで行った。このときの上部および下部電極に印加した電界のタイムチャートを示したものが図6である。この状態で20分間保持し、最後に、下部電極にマイナス50V印加した状態で10分間保持した。この間にクランプをはずし、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

【0049】(6) 紫外線硬化樹脂による微粒子配列装

置の固定

容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、紫外線硬化樹脂(スリーボンド社製 一液性紫外線硬化樹脂)を5mL静かに滴下した。紫外線照射装置(波長: 312nm)を用いて、1分間紫外線の照射を行った。これにより、固定化された微粒子配列装置が得られた。

(7) 微粒子配列装置の評価

得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、ほとんど欠陥のない最密充填構造の3次元の微粒子配列装置になっていることが確認された。

【0050】(実施例5)

(1) 下部電極を有する基材および容器の形成  
実施例3と同様に、下部電極を有する基材として50mm×50mm、厚さ2.5mmのゼオライト焼結体を用いた。この基材にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、正の電界を印加できるようにした。

【0051】(2) 微粒子分散液の作製  
実施例1と同様の条件で微粒子分散液を作製した。

(3) 上部電極を有する基材の形成  
50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、下部電極を有する基材とした。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、負の電界を印加できるようにした。

【0052】(4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2) で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

(5) 電界印加による微粒子配列  
上部および下部電極にそれぞれの極性で交番電界を印加した。電圧は50Vで、駆動周波数は10Hzで行った。この状態で20分間保持し、最後に、下部電極にマイナス50V印加した状態で10分間保持した。この間にクランプをはずし、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

【0053】(6) 紫外線硬化樹脂による微粒子配列装置の固定

容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、図3に模式的に示したように、紫外線硬化樹脂(スリーボンド社製 一液性紫外線硬化樹脂)を5mL静かに滴下し、紫外線照射装置(波長: 312

nm)を用いて、3分間紫外線の照射を行った。これにより、固定化された微粒子配列装置が得られた。

#### (7) 微粒子配列装置の評価

得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、ほとんど欠陥のない最密充填構造の3次元の微粒子配列装置になっていることが確認された。

#### 【0054】(実施例6)

##### (1) 下部電極を有する基材および容器の形成

50mm×50mm、厚さ0.5mmの石英基板にスパッタリング法にて金を約2μm成膜し、その基板表面中央に内径20mm×20mm、外径22mm×22mm、高さ15mmの直方体状石英管を公知の手段で接着し、下部電極を有する基材と容器の形成を行った。また、下部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、これまでの実施例とは異なり負の電界を印加できるようにした。この理由は以下に説明する。

##### 【0055】(2) 微粒子分散液の作製

本実施例では、これまでの実施例とは異なり、純水90mLにアルミナ微粒子(アドマテックス社製 AO-502 平均粒径=約700nm)を5mg液中に分散させ、更に液性を酸性に制御するために、塩酸(関東化学社製 JIS特級 35.0-37.0%)を200μL添加した。分散液のpHは「2.55」であった。このようにする理由は、以下のことによる。つまり、アルミナ微粒子の等電点は一般的に「9.0」といわれているので、純水のように、中性(pH=7.0)の溶液では界面電位がそれほど大きくはない。従って、アルミナ微粒子を制御性良く電気泳動させるには、液性を酸性側にし、界面電位を大きくすることが有効である。本発明のごとく、溶液系を用いることにより、液性も制御が可能となり、幅広い材料への応用が可能となるものである。

##### 【0056】(3) 上部電極を有する基材の形成

下部電極を有する基材の形成と同様の手法で、上部電極として機能する金薄膜を有する基材を形成した。また、上部電極にパルス駆動が可能な電圧制御装置を接続し、正の電界を印加できるようにした。

##### (4) 分散液の充填と上部電極を有する基材の設置

(2)で作製した微粒子分散液を容器に充填し若干オーバーフローするところまで充填した。すぐに上部電極を有する基材を覆いかぶせクランプで固定した。この状態で容器はほぼ密閉状態となった。

##### 【0057】(5) 電界印加による微粒子配列

上部および下部電極にそれぞれの極性で交番電界を印加した。電圧は50Vで、駆動周波数は10Hzで行った。このときの上部および下部電極に印加した電界のタイムチャートを示したものが図6である。この状態で20分間保持し、最後に、下部電極にマイナス50V印加した状態で10分間保持した。この間にクランプをはず

し、上部電極を有する基材を静かにずらし、はずした。この状態で容器は開放状態となった。

##### 【0058】(6) 溶液成分の乾燥

容器が開放状態となったところで、振動を与えないように注意しながら、溶液成分が自然乾燥するのをまった。約2時間後に乾燥が完了した。

##### (7) 微粒子配列装置の評価

得られた3次元の微粒子配列装置を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行ったところ、若干欠陥はあるもののほぼ最密充填構造になっていることが確認された。

#### 【0059】

##### 【発明の効果】請求項1に対応する作用効果

溶液系、すなわち微粒子を分散させた溶液を容器に保持し、下部および上部の電極に電圧を印加することによって微粒子を配列させるために、重力のみでは沈降しない超微粒子であっても、高規則性を有する微粒子配列装置を作成することができる。

##### 【0060】請求項2に対応する作用効果

前記上部および下部電極に直流の電圧を印加する際に極性を交互に変化させる、いわゆる交番電界を印加するために、重力による沈降と、電界による移動を最適に制御することができる。

##### 【0061】請求項3に対応する作用効果

前記上部または下部電極どちらか一方に交流の電圧を印加し、他方の電極にその周波数と同期して直流の電圧を印加するために、簡単なプロセスで、制御性良く微粒子を配列させることができる。

##### 【0062】請求項4に対応する作用効果

電極に印加する電圧を徐々に減少させる工程を含むことを特徴としているので、効率よく、短時間で、最も安定な状態、すなわち、欠陥が無く、高規則性を持って配列した、微粒子構造体を得ることができる。

##### 【0063】請求項5に対応する作用効果

下部電極を有する下部基材が多孔質材料であるために、微粒子配列の際、または配列後に、溶液成分のみを下方に除去することができ、乾燥状態の3次元微粒子配列装置を容易に得ることができる。

##### 【0064】請求項6に対応する作用効果

多孔質材料がゼオライトであるために、安全でかつ取り扱いが容易であり、溶液成分の通過速度が速いという効果が得られる。

##### 【0065】請求項7に対応する作用効果

多孔質材料がポーラスシリコンであるために、安全でかつ取り扱いが容易であり、溶液成分の通過速度が速いという効果が得られる。

##### 【0066】請求項8に対応する作用効果

下部電極を有する下部基材が多孔質材料であるために、微粒子配列の際、または配列後に、溶液成分のみを下方に除去することができ、乾燥状態の3次元微粒子配列装

置を容易に得ることができる。また、欠陥がなく微細でかつ高規則性を持った配列微粒子を有する装置が容易に得られる。

【0067】請求項9に対応する作用効果  
配列した微粒子を紫外線硬化樹脂を用いて固定化するために、フォトニック結晶などの光学部品、その他の応用が容易に可能となる。

【0068】請求項10に対応する作用効果  
微粒子を分散させた液体の液性を、基材および微粒子に応じて最適化するために、欠陥がなく微細でかつ高規則性を持った配列微粒子を有する装置が容易に得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明による微粒子配列装置の製造方法を模式的に示した断面図である。

【図2】 下部基材として多孔質材料を用いた場合の様子

子を模式的に示した図である。

【図3】 紫外線硬化樹脂を滴下し、紫外光を照射して樹脂を硬化させる場合の例を模式的に示した図である。

【図4】 本発明の方法によって制作された微粒子配列装置の例を示す図である。

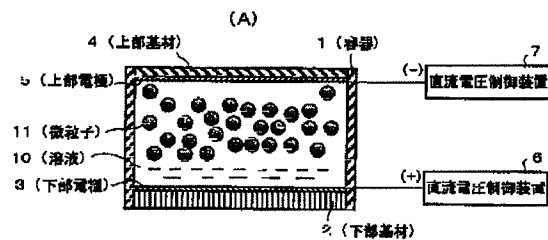
【図5】 上部および下部電極に印加する電界のタイムチャートの一例を示す図である。

【図6】 上部および下部電極に印加する電界のタイムチャートの他の例を示す図である。

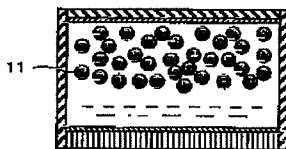
【符号の説明】

1…容器、2…下部基材、3…下部電極、4…上部基材、5…上部電極、6, 7…直流電圧制御装置、10…溶液、10'…液滴、11…微粒子、20…紫外線硬化樹脂。

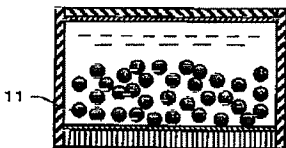
【図1】



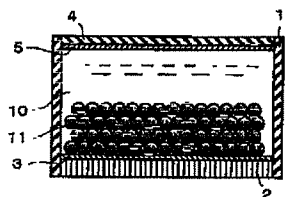
(B)



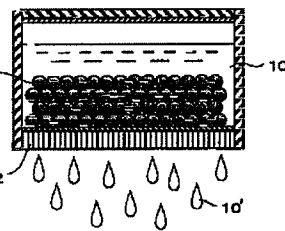
(C)



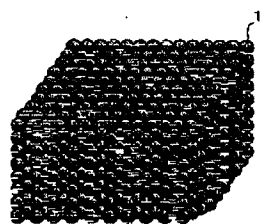
(D)



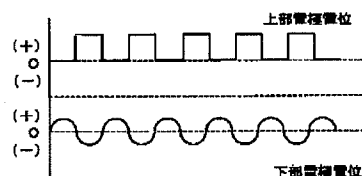
【図2】



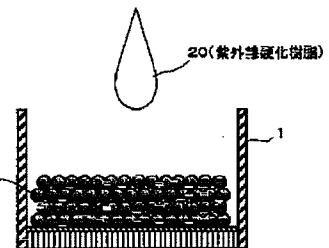
【図4】



【図6】



【図3】



【図5】

